

鉄鋼大量生産プロセスにおける高性能電子・電磁用鉄-ニッケル合金薄板の製造技術に関する研究

著者	井上 正
号	53
学位授与番号	4040
URL	http://hdl.handle.net/10097/42454

	いのうえ だし
氏 名	井 上 正
授 与 学 位	博士 (工学)
学位授与年月日	平成20年9月11日
学位授与の根拠法規	学位規則第4条第1項
研究科, 専攻の名称	東北大学大学院工学研究科 (博士課程) 金属フロンティア工学専攻
学 位 論 文 題 目	鉄鋼大量生産プロセスにおける高性能電子・電磁用鉄-ニッケル合金 薄板の製造技術に関する研究
指 導 教 員	藤田 文夫
論 文 審 査 委 員	主査 東北大学教授 藤田 文夫 東北大学教授 原 信義 東北大学教授 杉本 諭 東北大学教授 新田 淳作

論文内容要旨

本論文は高性能な電子・電磁用鉄-ニッケル合金薄板の鉄鋼製造プロセスにおける大量製造技術に関する研究である。実験室的に得られる合金を凌駕する性能を大量製造プロセスで達成するための合金成分、合金薄板の製造プロセスの抜本的かつ系統的な検討を行った。本研究で対象とした鉄-ニッケル合金は、シャドウマスク用低熱膨張合金及び磁気シールド用 PC パーマロイ合金である。

42%ニッケル-鉄合金の粒界酸化現象については、Cr を含有することによって粒界酸化を著しく減少させることができること、この現象を原理的に分析を行い (Fig. 1)、実生産プロセスにおいては熱間加工前の加熱雰囲気還元雰囲気 (CO リッチ) とすることによって粒界酸化を減少させる方法を開発した。本開発において、速度論として Wagner の理論を適用し酸素分圧の制御が重要であることを定量的に示した。本研究成果を適用し、実機の連続熱間圧延プロセスにおいて、加熱炉で生成されるスケール・地鉄界面に生成される内部酸化に起因した表面疵の生成を低減し、熱延合金鋼帯の脱スケール時の歩留まり向上を達成した。

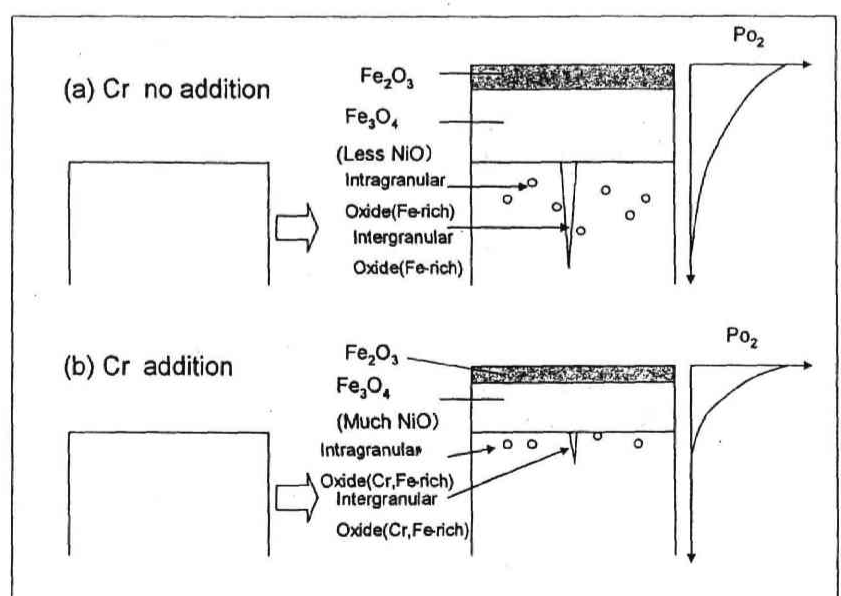


Fig.1 42%Ni-Fe 合金の高温酸化の支配機構

鉄－ニッケル合金の赤熱脆性温度域での延性について、42%ニッケル－鉄合金については、不可避的成分であるSがMnと反応して、MnSとして粒界に析出し、粒界強度を低下させるためであり、1100℃程度の加熱温度を与えることにより、析出物が粗大化して、粒界でのMnSの脆弱効果を減じて延性を増加させること、それ以上の加熱ではSが再固溶して熱間加工温度まで冷却されたときにMnSが再析出して延性を劣化させ、高い熱間延性を得るための最適な加熱温度範囲があることを明らかにした (Fig.2)。また、AlについてもAlNが粒界に析出し延性を低下させていること、高温加熱によってAlNの凝集粗大化をおよび再固溶によって延性を得ることができることを明らかにし、成分と加熱温度の最適化によって加工延性を確保できることを明らかにした。さらに、78%ニッケル－鉄合金については、ニッケル含有量が増加して結晶そのものの強度が増加するのに対し、不可避的成分であるSが結晶粒界に析出し、粒界強度を減少させ、結晶内部の強度よりも弱体化することによって粒界破壊を引き起こすこと。B、Caを含有することによってSの析出を妨げ、強度の向上、成形性能を向上させるメカニズムを見出した (Fig.3)。本研究の成果の適用により、鉄－ニッケル合金の

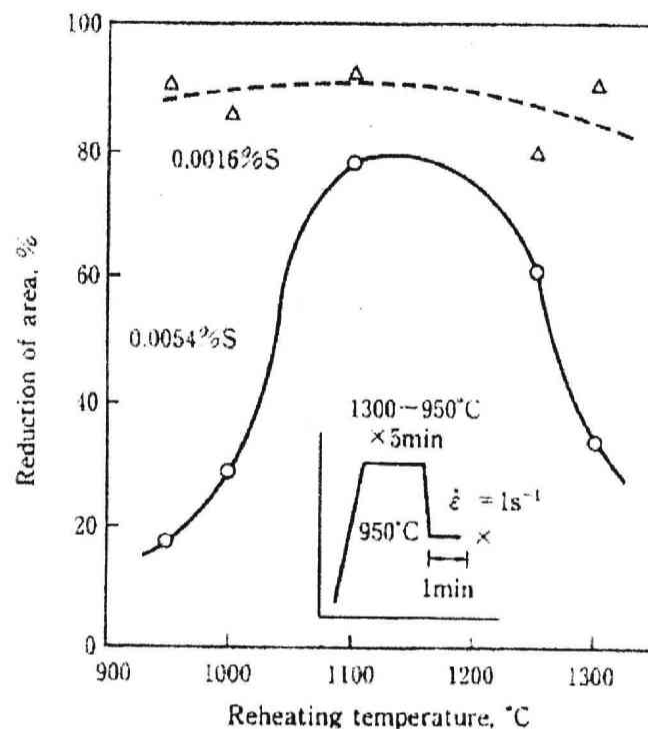


Fig. 2 42%Ni-Fe 合金の熱間延性に及ぼす加熱温度、S 量の影響

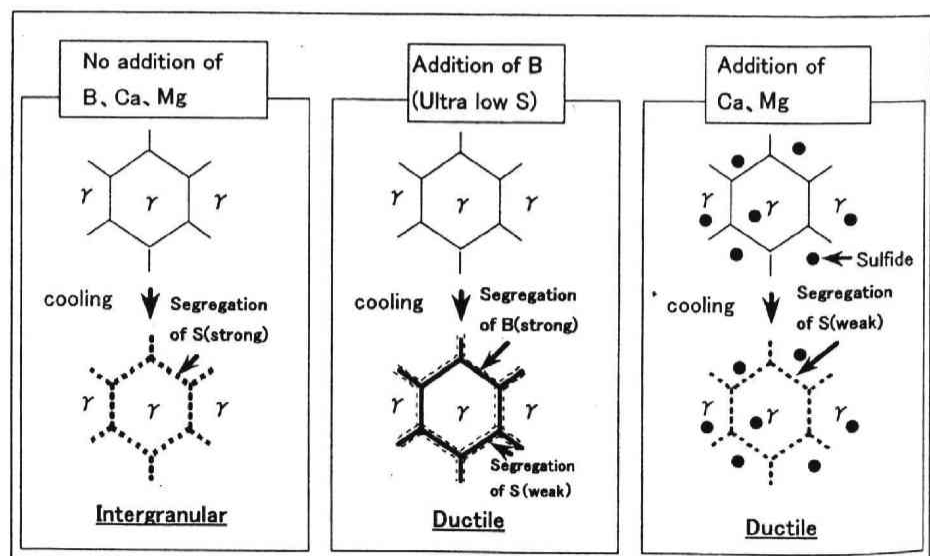


Fig.3 PC パーマロイの熱間延性の支配機構

50Ton 電気炉、分塊圧延、熱間圧延の一連の実機プロセスにおいて赤熱脆性に起因したスラブや合金鋼帯の割れ発生を皆無とすることに成功した。

また、78%ニッケル-鉄合金の電磁シールド性能を左右する合金元素の組み合わせに関して、Mo, Cu, Ni, Mn, Fe 量の最適バランス化を検討し、2%Cu をベースに 78%Ni-4%Mo-0.5%Mn-Fe 合金において、磁性を持つ Ni と Fe の量バランス (P-value) を最適値に制御することで従来実験室的に得られる合金を凌駕する高い磁気特性が得られることを見出した (Fig.4)。このような高性能な磁気特性が得られる原理的な検討を結晶磁気異方性 K1 及び磁歪定数 λ に関して行い、磁気焼鈍後の冷却速度の最適化により K1 も 0 に近くに制御されていること、および合金元素の最適な組合せにより λ が 0 に近く最適に制御されていることを Bozorth による磁化エネルギーの理論より推定した。

更に、優れた磁気特性と高い熱間変形能を合わせ持つ合金成分系を検討し、B 添加は熱間延性を高めるために有効な添加元素であるが、磁気焼鈍後の透磁率の向上を阻害することを明らかにした。一方、Ca 添加は S を硫化物として結晶粒内に安定的に固定する作用が強く、熱間延性に優れ、かつ磁気特性に対しても熱的に安定な非金属介在物を形成するため劣化が小さいことを実験室的に明らかにした。本研究成果に基づき、50Ton 電気炉による実機試作を行い、試作材は従来には無い優れた磁気特性と良好な熱間加工性を有することを工業的規模

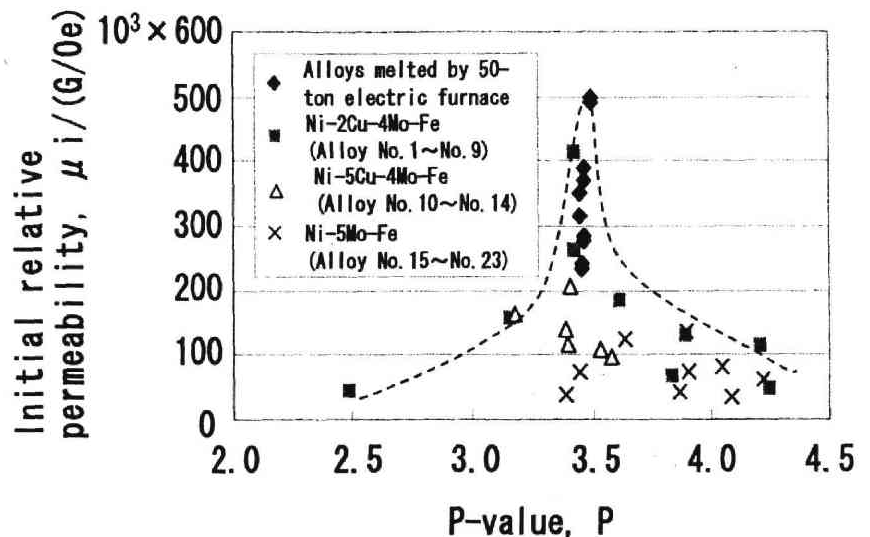


Fig. 4 実機試作材の μ_i と P-value の関係

(磁気焼鈍条件: 1100°C, 3h, H_2 雰囲気)

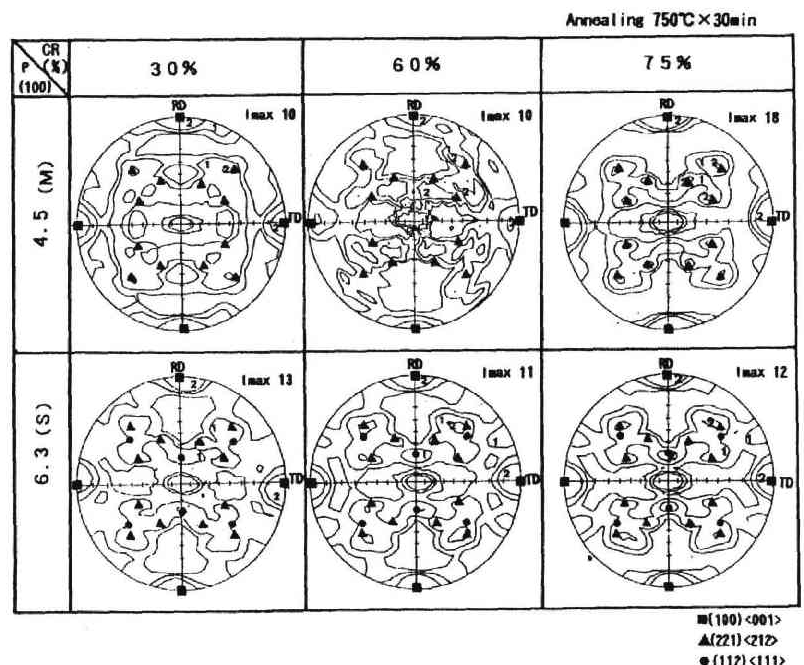


Fig. 5 36%ニッケル-鉄合金の焼鈍後の{100}極点図

で実証した。

36%ニッケル-鉄合金の冷間でのプレス加工性を得るための集合組織制御を行う製造プロセス条件の最適化、を行い、 $\{100\}<001>$ 立方体集合組織の生成を抑制しつつ (Fig.5)、結晶粒径を均一化し、更に鋼板製造工程での焼鈍熱処理後に付与する調質圧延の歪量を最適化することで、プレス成形前に実施される焼鈍熱処理の温度が比較的低温の場合でも核生成型再結晶を材料内で均一に発生させることで、焼鈍後の結晶粒を均一で粗大に制御し、降伏強度が低く、プレス加工時の形状凍結性に優れたシャドウマスク材料を実現した。

本研究により得られた36%ニッケル-鉄合金薄板は工業的に量産され、高性能な電子部品として大型高画質TVやパーソナルコンピュータディスプレイ用途に広く適用された (Fig.6)。また、78%鉄-ニッケル合金のPCパーマロイは Fig.7 に示す高性能磁気シールドルーム“COSMOS”に適用された。得られた電磁シールド性能は、1Hz 及び 10Hz において世界最高レベルの磁気遮蔽度を有することが実証された (Table 1)。

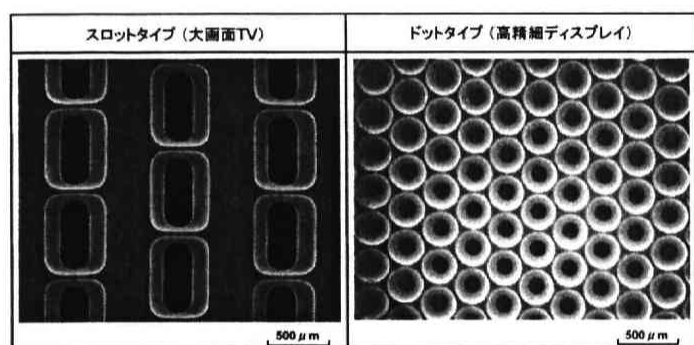


Fig. 6 インバー合金のエッチング孔形状

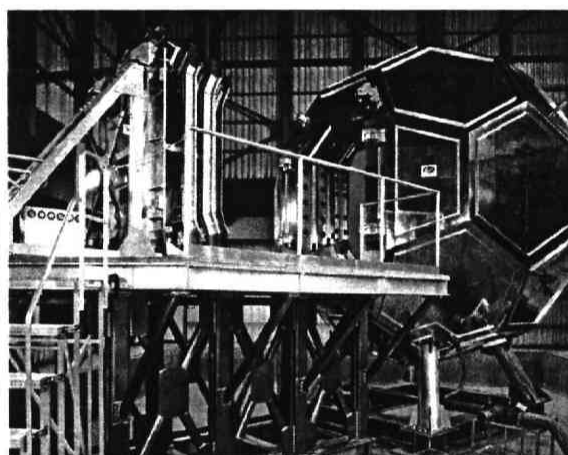


Fig. 7 COSMOS の外観

(写真提供：超電導センサー研究所)

Table 1 計測したシールドファクタ (COSMOS, AK-3a) と論文データ (BMSR) の比較.

	COSMOS	AK-3a	BMSR
1 Hz	420,700	582	65,000
10 Hz	1,282,000 (12 Hz での値)	7,332	300,000

論文審査結果の要旨

高性能な鉄－ニッケル合金薄板の鉄鋼製造プロセスにおける大量製造技術に関する研究であり、実験室的に得られる合金を凌駕する性能を大量製造プロセスで達成しようという、工業的に非常にハードルの高い研究内容である。

42%鉄－ニッケル合金の粒界酸化現象について新しい見解を展開し、Cr を含有することによって粒界酸化を著しく減少させることができること、この現象を原理的に分析して、実生産プロセスにおいては熱間加工前の加熱雰囲気還元雰囲気(CO リッチ)とすることによって粒界酸化を減少させる方法を開発した。本開発において、速度論として Wagner の理論を適用し酸素分圧の制御が重要であることを定量的に示したことは学術的に評価できる。

鉄－ニッケル合金の赤熱脆性温度域での延性について、42%鉄－ニッケル合金については、不可避的成分である S が Mn と反応して、MnS として粒界に析出し、粒界強度を低くしているためであり、1100℃程度の加熱温度を与えることにより、析出物が粗大化して、粒界での MnS の脆弱効果を減じて延性を増加させること、それ以上の加熱では S が再固溶して熱間加工温度まで冷却されたときに MnS が再析出して延性を劣化させ、高い熱間延性を得るための最適な加熱温度範囲があることを明らかにした。また、Al についても AlN が粒界に析出し延性を減じていること、高温加熱によって AlN の凝集粗大化をおよび再固溶によって延性を得ることができることを明らかにし、成分と加熱温度の最適化によって加工延性を確保できることを明らかにした。さらに、78%鉄－ニッケル合金については、ニッケル含有量が増加して結晶そのものの強度が増加するのに対し、不可避的成分である S が結晶粒界に析出し、粒界強度を減少させ、結晶内部の強度よりも弱体化することによって粒界破壊を引き起こすこと。Bo、Ca を含有することによって S の析出を妨げ、強度の向上、成形性能を向上させるメカニズムを見出したことは、新しい展開である。

しかしながら、低温加熱域での粒界への S 化合物の析出については各種分析によって実証されているが、42%鉄－ニッケル合金の高温加熱での S の再固溶、MnS の粒界析出のメカニズムに関しては、実証がとれておらず、今後の研究が必要である。

42%鉄－ニッケル合金の冷間でのプレス加工性を得るための集合組織制御を行う製造プロセス条件の最適化、80%鉄－ニッケル合金の電磁シールド性能を左右する合金元素の組み合わせ、および製造プロセス条件の最適化が検討され、従来には無い高性能な合金薄板を大量に製造する技術の開発に成功している。また、このような高性能を得られる原理的な検討も行っており、本論文の、この合金に対する工業的、学術的な寄与は非常に大きなものである。

よって、本論文は博士(工学)の学位論文として合格と認める。